

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

1 PN=JP 7196392

1 PN=JP 10072273

1 PN=JP 58223687

1 PN=JP 9501137+PN=JP 7196392+PN=JP 10072273+PN=JP 58223687

1/3, BA/ALL

1/3, BA/1

DIALOG(R)File 352:DERWENT WPI

(c) 2000 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

011817734

WPI Acc No: 98-234644/199821

XRAM Acc No: C98-073357

XRPX Acc No: N98-185982

Gassing agent used in gas producer for airbag of motor vehicle - includes reducer selected from bis(tetrazole), bis(tetrazole) metal salt, bis(tetrazole) ammonium salt, nitroguanidine, dicyandiamine and other compounds mixed with ammonium nitrate

Patent Assignee: CENT TECHNOLOGY KK (TECH-N); NIPPON KAYAKU KK (NIPK)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Main IPC	Week
JP 10072273	A	19980317	JP 96247169	A	19960828	C06D-005/00	199821 B

Priority Applications (No Type Date): JP 96247169 A 19960828

Language, Pages: JP 10072273 (5)

Abstract (Basic): JP 10072273 A

The agent (4) includes a compound consisting of ammonium nitrate and one or more reducers such as bitetrazole, bitetrazole metal salt, bitetrazole ammonium salt, nitroguanidine, nitric acid guanidine, dicyandiamine, azodicarbonamide and carbohydrazide. A combustion regulator comprising one or more sorts of copper oxide, manganese dioxide or potassium permanganate is also added.

ADVANTAGE - Ensures complete decomposition of ammonium nitrate. Reduces combustion residue effectively.

Dwg. 0/2

1/3, BA/2

DIALOG(R)File 352:DERWENT WPI

(c) 2000 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

010398103

WPI Acc No: 95-299416/199539

XRAM Acc No: C95-133980

XRPX Acc No: N95-227340

Gas generating composition - contg. triamino-guanidine nitrate, perchlorate and nitrocellulose

Patent Assignee: CENT TECHNOLOGY KK (TECH-N); NIPPON KAYAKU KK (NIPK)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Main IPC	Week
JP 7196392	A	19950801	JP 93352530	A	19931229	C06D-005/00	199539 B

Priority Applications (No Type Date): JP 93352530 A 19931229

Language, Pages: JP 7196392 (4)

Abstract (Basic): JP 7196392 A

A gas generating composition comprises a triamino-guanidine nitrate, perchlorate, and nitrocellulose.

USE - For automobile airbag.

Dwg. 0/0

1/3, BA/3

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 10 - 72273

(43) 公開日 平成 10 年 (1998) 3 月 17 日

(51) Int. Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C06D 5/00			C06D 5/00	2
B60R 21/26			B60R 21/26	

審査請求 未請求 請求項の数 8 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号	特願平 8 - 247169	(71) 出願人	000004086 日本化薬株式会社 東京都千代田区富士見 1 丁目 11 番 2 号
(22) 出願日	平成 8 年 (1996) 8 月 28 日	(71) 出願人	391027505 センサー・テクノロジー株式会社 兵庫県神戸市西区高塚台 1 丁目 5 番地の 5
		(72) 発明者	笑口 亨 兵庫県姫路市豊富町豊富 3903-39 日本化薬株式会社姫路工場内センサー・テクノロジー株式会社姫路テクニカルセンター内
		(74) 代理人	弁理士 梶 良之

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 エアバッグ用ガス発生剤

(57) 【要約】

【課題】 硝酸アンモニウムを主要成分とする従来のガス発生剤では得られなかった燃焼性及び燃焼制御性を適切に確保すると共に、硝酸アンモニウムの完全な分解を可能にし、さらに燃焼残渣の理想的な減少を可能とすることができるガス発生剤を提供する。

【解決手段】 次の (a) ~ (b) 又は (a) ~ (c) 記載の各成分をそれぞれ含有することを特徴とするエアバッグ用ガス発生剤。

(a) 硝酸アンモニウム。

(b) テトラゾール、アミノテトラゾール、ピテトラゾール、ピテトラゾール金属塩、ピテトラゾールアンモニウム塩、ニトログアニジン、硝酸グアニジン、ジシアンジアミド、トリアミノグアニジン硝酸塩、アゾジカルボンアミド、カルボヒドラジドのうちの 1 種以上からなる還元剤。

(c) 酸化銅、二酸化マンガン、過マンガン酸カリウム
のうちの 1 種以上からなる燃焼調整剤。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 次の (a) ~ (b) 記載の各成分を含有することを特徴とするエアバッグ用ガス発生剤。

(a) 硝酸アンモニウム。

(b) ビテトラゾール、ビテトラゾール金属塩、ビテトラゾールアンモニウム塩、ニトログアニジン、硝酸グアニジン、ジシアンジアミド、アゾジカルボンアミド、カルボヒドラジドからなる群から選ばれる 1 種以上の還元剤。

【請求項 2】 次の (a) ~ (c) 記載の各成分を含有することを特徴とするエアバッグ用ガス発生剤。

(a) 硝酸アンモニウム。

(b) テトラゾール、アミノテトラゾール、ビテトラゾール、ビテトラゾール金属塩、ビテトラゾールアンモニウム塩、ニトログアニジン、硝酸グアニジン、ジシアンジアミド、トリアミノグアニジン硝酸塩、アゾジカルボンアミド、カルボヒドラジドからなる群から選ばれる 1 種以上の還元剤。

(c) 酸化銅、二酸化マンガ、過マンガン酸カリウムからなる群から選ばれる 1 種以上の燃焼調整剤。

【請求項 3】 前記 (a) の平均粒径が $30 \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項 1 又は請求項 2 のいずれかに記載のエアバッグ用ガス発生剤。

【請求項 4】 前記 (a) が相安定化処理を施されてなることを特徴とする請求項 1 又は請求項 2 のいずれかに記載のエアバッグ用ガス発生剤。

【請求項 5】 前記 (a) が該水溶液の噴霧乾燥により得られたものである請求項 1 又は請求項 2 のいずれかに記載のエアバッグ用ガス発生剤。

【請求項 6】 前記 (a) の水溶液に界面活性剤を添加することを特徴とする請求項 5 記載のエアバッグ用ガス発生剤。

【請求項 7】 前記 (a) の水溶液にカリウム塩を添加することを特徴とする請求項 5 記載のエアバッグ用ガス発生剤。

【請求項 8】 前記 (c) 記載の燃焼調整剤の含有量がガス発生剤中の 20 重量%以下であることを特徴とする請求項 2 記載のエアバッグ用ガス発生剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、自動車用エアバッグを広げるためのガス発生剤に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 自動車用エアバッグを広げるためのガス発生剤としては、従来よりアジ化ナトリウム等のアジ化金属化合物を成分とするものが最も一般的であったが、アジ化金属化合物特有の毒性、危険性から、最近ではアジ化金属化合物を成分としないガス発生剤が求められている。

【0003】 こうした要求に応えるべく、これまでに US

Pat. 3348985、US Pat. 3954528、US Pat. 4909549、US Pat. 4948439、PCT Pat. WO 95/04710 において、硝酸アンモニウムを成分とするガス発生剤が提案されている。これらの提案に係るガス発生剤は、硝酸の金属塩である硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硝酸ストロンチウム等を成分とするガス発生剤と比較すると、単位重量当たりのガス発生量が大きく、また燃焼残渣をほとんど生じないという利点を有しており、このためガス発生剤の軽量小型化、構造簡素化を企図した場合の有効なガス発生剤として注目されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 硝酸アンモニウムは極めて反応性に乏しく、燃焼が困難であるとの欠点を有している。従って、この欠点を補うため従来は、前記 US Pat. 3348985 等の発明に見られるように、反応性が著しく大きい還元剤との組み合わせによって燃焼を可能にする試みが図られてきたが、このような手段はガス発生剤を製造する際の危険性を増大させるのみならず、過剰な熱の発生によりガス発生剤内の冷却・フィルタ部材やエアバッグ等に対し、好ましくない影響を及ぼすという問題がある。また、完全に燃焼させようとすれば、しばしば急激な反応に至り制御不能に陥ることもある。さらに、実際の燃焼状態を調べると、還元剤単独の分解にとどまり、硝酸アンモニウム自身の分解は不完全になって、期待されるほどのガス発生量の増大、燃焼残渣の減少は達成できないことが多い。

【0005】 本発明は、上記の事情に鑑みてなされたものであり、その目的とするところは、硝酸アンモニウムを主要成分とするガス発生剤であって、前記のような従来の問題点を改善できるようなガス発生剤、具体的には安定かつ良好な燃焼を実現し、かつ硝酸アンモニウムの完全な分解を可能とし、さらに燃焼残渣を減少することができるガス発生剤を提供する点にある。

【0006】

【課題を解決するため手段】 本発明者等は、硝酸アンモニウムの反応に対する種々の還元剤、燃焼調整剤の影響を検討した結果、還元剤として窒素原子を構成原子とする特定物質を組み合わせれば、安定で良好な燃焼を可能にすることができること、さらに酸化銅、二酸化マンガ、等を燃焼調整剤として加えれば、その燃焼性及び燃焼制御をより確実に行えることを見出し、この知見を基に鋭意検討を重ね、本発明を完成するに至った。

【0007】 即ち、本発明は、次の各項よりなるガス発生剤である。

(1) 次の (a) ~ (b) 記載の各成分を含有することを特徴とするエアバッグ用ガス発生剤。

(a) 硝酸アンモニウム。

(b) ビテトラゾール、ビテトラゾール金属塩、ビテトラゾールアンモニウム塩、ニトログアニジン、硝酸グアニジン、ジシアンジアミド、アゾジカルボンアミド、カ

ルボヒドラジドからなる群から選ばれる 1 種以上の還元剤。

(2) 次の (a) ~ (c) 記載の各成分を含有することを特徴とするエアバッグ用ガス発生剤。

(a) 硝酸アンモニウム。

(b) テトラゾール、アミノテトラゾール、ピテトラゾール、ピテトラゾール金属塩、ピテトラゾールアンモニウム塩、ニトログアニジン、硝酸グアニジン、ジシアンジアミド、トリアミノグアニジン硝酸塩、アゾジカルボンアミド、カルボヒドラジドからなる群から選ばれる 1 種以上の還元剤。

(c) 酸化銅、二酸化マンガン、過マンガン酸カリウムからなる群から選ばれる 1 種以上の燃焼調整剤。

(3) 前記 (a) の平均粒径が $30 \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする前項 (1) 又は (2) のいずれかに記載のエアバッグ用ガス発生剤。

(4) 前記 (a) が相安定化処理を施されてなることを特徴とする前項 (1) 又は (2) のいずれかに記載のエアバッグ用ガス発生剤。

(5) 前記 (a) が該水溶液の噴霧乾燥により得られたものである前項 (1) 又は (2) のいずれかに記載のエアバッグ用ガス発生剤。

(6) 前記 (a) の水溶液に界面活性剤を添加することを特徴とする前項 (5) 記載のエアバッグ用ガス発生剤。

(7) 前記 (a) の水溶液にカリウム塩を添加することを特徴とする前項 (5) 記載のエアバッグ用ガス発生剤。

(8) 前記 (c) 記載の燃焼調整剤の含有量がガス発生剤中の 20 重量% 以下であることを特徴とする前項

(2) 記載のエアバッグ用ガス発生剤。

【0008】本発明のガス発生剤によれば、硝酸アンモニウムを主成分とする従来のガス発生剤では得られなかった好ましい燃焼性及び燃焼制御性を確保すると共に、硝酸アンモニウムの完全な分解を可能とし、さらに燃焼残渣の理想的な減少を可能とすることができる。

【0009】本発明を詳しく説明する。上記の還元剤は、いずれも窒素原子を構成原子とする物質であるが、これにより有毒な一酸化炭素の生成を抑えることができる。また、還元剤が比較的リッチな配合比の設定が可能になり、還元剤の分解によって生成する熱が十分に硝酸アンモニウムに分配されて、硝酸アンモニウムの完全な分解を誘導することができる。

【0010】次に燃焼調整剤、即ち酸化銅、二酸化マンガン、過マンガン酸カリウムは、硝酸アンモニウムの分解を促進する効能を有し、前記還元剤との組み合わせにおいて、その分解を効率的に行う。なお、酸化銅等が単独で硝酸アンモニウムの分解促進能を発揮する可能性のあることを示唆する記載は、Taylor, J., Ind. Chem., 24, 292 (1948) 等に見られるが、還元剤との組み合わせで硝

酸アンモニウムの効率的な分解促進を示唆する記載は見い出せない。即ち、本発明のように還元剤存在下で酸化銅等の燃焼調整剤を適用する手段は、全く新規なものと言える。燃焼調整剤は、1 種又は 2 種以上で用いることができるが、その配合量は、ガス発生剤単位重量当たりのガス発生量を損なわないためにガス発生剤中に 20 重量% 以下であることが望ましい。

【0011】硝酸アンモニウムの粒径は燃焼性に関する重要な因子であって、燃焼を確実なものとするためには平均粒径が $30 \mu\text{m}$ 以下であることが望ましい。また、そのような粒径の硝酸アンモニウムを得る方法としては、硝酸アンモニウムを水又は水とアルコール等との有機溶剤の混合溶剤に溶解し、これを噴霧乾燥する方法が挙げられる。市販のポーラスプリル硝酸アンモニウムを使用することも可能である。一方、硝酸アンモニウムは容易に吸湿して固結する性質を有するため、高級脂肪酸等の界面活性剤、リン酸三カルシウム、超微粒シリカ等の既知の固結防止剤を添加することも可能である。

【0012】さらに、硝酸アンモニウムは、 -18°C ~ 170°C の間に存在する複数の相転移点において体積変化を起こし、ガス発生剤成形体の破壊を引き起こす恐れがあることから、硝酸カリウム等のカリウム塩等の既知の相安定化剤を添加することも可能である。硝酸アンモニウムの溶液に固化防止剤及び相安定化剤を添加し、これを噴霧乾燥することも有効な手段である。

【0013】(a) 硝酸アンモニウム、(b) 前記の還元剤との配合比は、酸素バランスが合う点を中心に適宜設定することができる。(a)、(b) 及び必要に応じて加えられる (c) 前記の燃焼調整剤は、混合して金型に充填した後、加圧して錠剤状、ディスク状等に成形して用いることができるが、必要に応じて各種の有機或いは無機粘結剤を含有させることができる。また、輸送、混合、成形時の原料粉末の流動性を改善するためにステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸亜鉛等の流動化剤を添加することも可能である。

【0014】

【実施例】

(実施例 1) 硝酸アンモニウム (平均粒径 $20 \mu\text{m}$) 73 重量部、ピテトラゾール水和塩 (平均粒径 $20 \mu\text{m}$) 27 重量部を V 型混合機でよく混合した。得られた混合粉末に水を噴霧添加しながら攪拌して顆粒を得た。この顆粒を所定の金型に入れ、加圧成型して、直径 5 mm、厚み 2 mm、重量約 70 mg の錠剤を得た。得られた錠剤を乾燥した後、この錠剤約 35 g を図 1 に示す構造のガス発生器 1 に充填した。なお、ガス発生器 1 は、点火装置 2 と伝火薬 3 が配置された中央の点火室 7 と、その周囲のガス発生剤 4 が充填された燃焼室 8 と、さらにその周囲の金網 5 が配置された冷却・フィルタ室 9 とから構成されている。このガス発生器 1 を、図には現れていない内容積 60 リットルの容器に取り付けた後、ガス発

生器 1 を作動させ、容器内にガスを発生させた。

【0015】その結果を表 1 に示す。但し、図 2 に示すように、 p_1 は容器内の最大到達圧力、 t_1 は点火装置への通電からガス発生器の作動にいたるまでの時間、 t_2 はガス発生器の作動から圧力 p_1 が得られるまでの時

間を表す。また、一酸化炭素濃度及び窒素酸化物濃度は、ガス発生器の作動後のガスにつき、ガス検知管による分析で得た。

【0016】

【表 1】

P_1 (kPa)	t_1 (ms)	t_2 (ms)	一酸化炭素濃度	窒素酸化物濃度
190	4	200	3000 ppm	400 ppm

【0017】上記結果から分かるように、内容積約 60 リットルのエアバッグ用ガス発生剤として適当な燃焼が得られ、かつガス組成は良好であった。ガス発生後、ガス発生器を解体して内部を観察したところ、燃焼残渣は全く認められず、またガス発生器外部への残渣の流出も全く認められなかった。

【0018】（実施例 2）硝酸アンモニウム（平均粒径 $20\mu\text{m}$ ）82 重量部、アゾジカルボンアミド（平均粒径 $10\mu\text{m}$ ）18 重量部を実施例 1 と同様に処理して顆粒を得た。この顆粒を所定の金型に充填した後、加圧して、直径 5 mm、厚み 2 mm、重量約 70 mg の錠剤を得た。得た錠剤を乾燥した後、この錠剤約 35 g をガス発生器に仕込み、実施例 1 と同様に内容積 60 リットルの容器で作動させた結果、実施例 1 と同様に内容積約 60 リットルのエアバッグ用ガス発生剤として適切な燃焼が得られ、かつガス組成は良好であった。ガス発生後、ガス発生器を解体し、内部を観察したところ、燃焼残渣は全く認められず、またガス発生器外部への残渣の流出は全く認められなかった。

【0019】（実施例 3）硝酸アンモニウム（平均粒径 $20\mu\text{m}$ ）73 重量部、5-アミノテトラゾール（平均粒径 $10\mu\text{m}$ ）22 重量部、酸化銅（平均粒径 $3\mu\text{m}$ ）5 重量部を実施例 1 と同様に処理して顆粒を得た。この顆粒を所定の金型に充填した後、加圧して、直径 5 mm、厚み 2 mm、重量約 70 mg の錠剤を得た。得た錠剤を乾燥した後、乾燥錠剤約 37 g をガス発生器に充填し、実施例 1 と同様に内容積 60 リットルの容器で作動させた結果、実施例 1 と同様に内容積約 60 リットルのエアバッグ用ガス発生剤として適切な燃焼が得られ、かつガス組成は良好であった。ガス発生後、ガス発生器を解体し、内部を観察したところ、燃焼残渣はほとんど認められず、またガス発生器外部への残渣の流出は全く認められなかった。

【0020】（実施例 4）硝酸アンモニウム（平均粒径 $20\mu\text{m}$ ）60 重量部、トリアミノグアニジン硝酸塩

（平均粒径 $10\mu\text{m}$ ）35 重量部、二酸化マンガ（平均粒径 $5\mu\text{m}$ ）5 重量部を実施例 1 と同様に処理して顆粒を得た。この顆粒を所定の金型に充填した後、加圧して、直径 6 mm、厚み 3 mm、重量約 160 mg の錠剤を得た。この錠剤約 37 g をガス発生器に充填し、実施例 1 と同様に内容積 60 リットルの容器で作動させた結果、実施例 1 と同様に内容積約 60 リットルのエアバッグ用ガス発生剤として適切な燃焼が得られ、かつガス組成は良好であった。ガス発生後、ガス発生器を解体し、内部を観察したところ、燃焼残渣はほとんど認められず、またガス発生器外部への残渣の流出は全く認められなかった。

【0021】

【発明の効果】本発明のガス発生剤は、主要成分として硝酸アンモニウムを使用している従来のガス発生剤では得られなかった燃焼性及び燃焼制御性を適切に確保すると共に、硝酸アンモニウムの完全な分解を可能にし、さらに燃焼残渣の減少を可能にする。

【図面の簡単な説明】

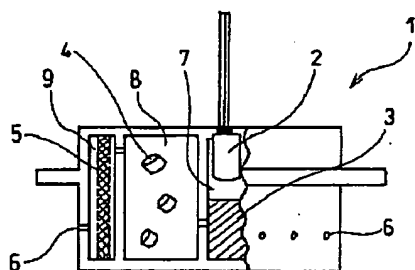
【図 1】各実施例で使用したガス発生器の構造を示す要部断面模式図である。

【図 2】ガス発生器を作動して得られた本発明のガス発生剤の燃焼状態を、時間と圧力との関係で示すグラフである。

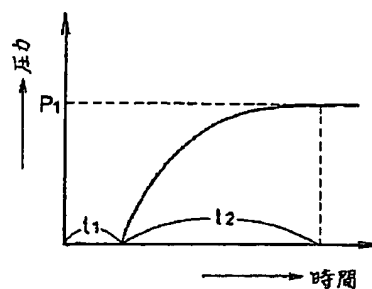
【符号の説明】

- 1 ガス発生器
- 2 点火装置
- 3 伝火薬
- 4 ガス発生剤
- 5 金網
- 6 ガス放出孔
- 7 点火室
- 8 燃焼室
- 9 冷却・フィルタ室

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

- (72) 発明者 吉川 英一郎
 兵庫県姫路市豊富町豊富 3903-39
 日本化薬株式会社姫路工場内センサー・テクノロジー株式会社姫路テクニカルセンター内
- (72) 発明者 伊藤 裕二
 兵庫県姫路市豊富町豊富 3903-39
 日本化薬株式会社姫路工場内
- (72) 発明者 田中 昭彦
 兵庫県姫路市豊富町豊富 3903-39
 日本化薬株式会社姫路工場内
- (72) 発明者 佐藤 英史
 兵庫県姫路市豊富町豊富 3903-39
 日本化薬株式会社姫路工場内
- (72) 発明者 岩崎 誠
 兵庫県姫路市豊富町豊富 3903-39
 日本化薬株式会社姫路工場内
- (72) 発明者 久保 大理
 兵庫県姫路市豊富町豊富 3903-39
 日本化薬株式会社姫路工場内